

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.

THIS PAGE BLANK (USPTO)

PRV

PATENT- OCH REGISTRERINGSVERKET
Patentavdelningen

09/101341
PCT/SE96/01698

REC D 04 FEB 1997

WIPO PCT

**Intyg
Certificate**



Härmed intygas att bifogade kopior överensstämmer med de handlingar som ursprungligen ingivits till Patent- och registreringsverket i nedannämnda ansökan.

This is to certify that the annexed is a true copy of the documents as originally filed with the Patent- and Registration Office in connection with the following patent application.

(71) Sökande Mölnlycke AB, Göteborg SE
Applicant (s)

(21) Patentansökningsnummer 9600087-2
Patent application number

(86) Ingivningsdatum 1996-01-10
Date of filing

PRIORITY DOCUMENT

Stockholm, 1997-01-14

För Patent- och registreringsverket
For the Patent- and Registration Office


Christina Lindholm

Avgift
Fee

**PATENT- OCH
REGISTRERINGSVERKET
SWEDEN**

Postadress/Adress
Box 5055
S-102 42 STOCKHOLM

Telefon/Phone
+46 8 782 25 00
Vx 08-782 25 00

Telex
17978
PATOREG S

Telefax
+46 8 666 02 86
08-666 02 86

Förfarande för framställning av absorberande material, absorberande material samt absorberande alster innehållande materialet ifråga.

5 Tekniskt område

Föreliggande uppfinning avser ett förfarande för framställning av polysackaridfiber, den sålunda framställda polysackaridfibern samt ett absorberande alster innefattande polysackaridfiber.

1 0

Bakgrund

1 5 Superabsorbenter, det vill säga absorptionsmaterial med förmåga att absorbera flera gånger, vanligen mer än tio gånger, sin egen vikt av vatten eller kroppsvatska, används i absorberande alster såsom blöjor, inkontinensskydd och dambindor, för att öka absorptionskapaciteten och hållandeförmågan hos alstrets absorptionskropp, vilken vanligtvis i övrigt består av cellulosa fibrer, så kallad fluffmassa.

2 0 Den mest använda polymeren som bas för en superabsorbent är polyakrylsyra. Polyakrylsyra framställs med olja som råvara. Detta utgör ett problem ur miljösynpunkt, då råolja är en ej förnyelsebar naturtillgång.

2 5 För att lösa detta problem har gjorts försök att utveckla superabsorbenter baserade på förnyelsebara råvaror. Bland annat har olika polysackarider såsom stärkelse och cellulosa använts som råvaror.

3 0 En polymer som använts mycket i detta sammanhang är karboximetylcellulosa. Den är ett derivat av cellulosa med karboxymetyl som substituent. Polymerens egenskaper är beroende av polymerisationsgrad, DP, och substitutionsgrad, DS.
3 5 Karboximetylcellulosa är relativt billig och har hög affinitet för vattenbaserade vätskor.

Att blanda in vattenlöslig karboximetylcellulosa i absorberande alster såsom blöjor, inkontinensskydd och dambindor är dock förenat med

stora nackdelar. Vid vätning under användning kommer den lösta karboximetylcellulosan att öka viskositeten på den av användaren avsöndrade vätskan. Detta kommer dramatiskt att minska spridningshastigheten för vätskan. Sk. gelblockering uppstår.

- 5 Karboximetylcellulosa med en substitutionsgrad under 0.35 är ej vattenlöslig och skulle ur gelblockeringssynpunkt därför kunna användas i absorberande alster. Absorptionsegenskaperna för karboximetylcellulosa med en substitutionsgrad mindre än 0.35 är dock dåliga, jämfört med polyakrylater. Det vill säga, för att erhålla goda
- 10 absorptionsegenskaper krävs det att substitutionsgraden är större än 0.35 men en sådan karboximetylcellulosa är vattenlöslig vilket ger problem med gelblockering.

- 15 En annan nackdel med de för dagen kommersiellt tillgängliga superabsorbenterna är administreringsformen. Superabsorbenten tillsätts vanligen till det alster i vilket den skall ingå, i form av korn, flingor eller granuler. Att tillsätta superabsorbent i denna form kräver en speciell doseringsutrustning och det är svårt att få en jämn fördelning av superabsorbent i den fibrösa massakroppen.

- 20 Att ha superabsorbent i fiberform skulle göra denna lättare att dosera. Eftersom den absorptionskropp superabsorbenten skall administreras i är vanligen är bestående av fibrer finns en risk att en partikelformig superabsorbent separeras från fibermatrisen. Med fiberformig
- 25 superabsorbent avhjälpas detta problem. Polyakrylatfibrer finns kommersiellt tillgängliga, men har inte använts i någon större utsträckning. Detta är troligtvis beroende på deras höga pris och dåliga svällningsegenskaper.

- 30 En del försök har gjorts med att tillverka polysackaridfibrer för användning i hygienprodukter. WO 93/12275 visar lösningsmedelsspinnning av polysackaridfiber. Polysackaridfibrer åstadkomna enligt känd teknik har dock för dåliga svällningsegenskaper för att vara intressanta som ersättning för konventionellt
- 35 superabsorberande material.

Ändamålet med uppfinningen.

5 Ett ändamål med uppfinningen är att åstadkomma ett superabsorberande material som är baserat på en förnyelsebar råvara och som har godtagbar prestanda jämfört med konventionella superabsorberande material.

10 Ett ytterligare ändamål med uppfinningen är att framställa ett superabsorberande material i en administreringsform som underlättar jämn dosering av det superabsorberande materialet till en massakropp.

Kort beskrivning av uppfinningen

15 Ett förfarande för framställning av en polysackaridfiber av det inledningsvis omtalade slaget uppvisande egenskaper som gör att ovannämnda problem förknippade med konventionella superabsorberande material undviks, kännetecknas enligt uppfinningen av att polysackariden löses i ett lösningsmedel, att lösningen
20 extruderas ned i ett bad innefattande ett med vatten blandbart organiskt lösningsmedel, företrädesvis en alkohol, såsom metanol, etanol eller isopropanol, eller en keton såsom aceton samt en tvärbindare såsom en polyelektrolyt eller ett metallsalt, företrädesvis ett salt av en två-, tre-, eller fyrvärd jon, såsom kalcium, magnesium,
25 järn, aluminium eller zirkonium.

Beskrivning av uppfinningen.

30 De polysackarider som kan användas för framställning av en polysackaridfiber enligt uppfinningen är exempelvis karboximetylcellulosa, starkelse, cellulosa xanthan, gelan, chitin, chitosan, guar gummi, alginat.

35 Som nämnts ovan lämpar sig karboximetylcellulosa, som är ett derivat av cellulosa, speciellt väl för detta ändamål. Polymerens egenskaper är beroende av polymerisationsgrad, DP, och substitutionsgrad, DS.

Polymerisationsgraden, DP, anger antalet monomerenheter i polymerkedjan vilket påverkar viskositeten hos en vattenlösning av polymeren.

5 Substitutionsgraden, DS, anger medeltalet karboximetylsubstituenten på polymerkedjan. Substitutionsgraden påverkar polymerens svällningsegenskaper och en substitutionsgrad över 0.35 ger en vattenlöslig polymer.

10 Som tidigare nämnts skulle det för att få hög absorptionsförmåga, vara önskvärt med en substitutionsgrad på över 0.35. Detta ger emellertid en vattenlöslig polymer och därigenom fås problem med gelblockering.

15 Det vore följaktligen önskvärt att framställa en karboximetylcellulosa med en substitutionsgrad större än 0.35 som ej är lös i vatten. Detta åstadkommes enligt uppfinningen genom att polymeren tvärbinds. Denna tvärbindning kan vara kovalent eller jonisk.

20 Att för denna tvärbindning använda konventionella tvärbindare, såsom epiklorhydrin och formaldehyd, gör att koagulatet faller ut mycket långsamt och fastnar vid dysan, vilket skulle orsaka stora störningar i en storskalig process.

25 Enligt uppfinningen jontvårbinds polymeren med hjälp av polyelektrolyter eller flervärda metalljoner, exempelvis kalcium, zirkonium, aluminium eller järn (III). Denna tvårbindning fungerar, när det är karboximetylcellulosa som tvårbinds, troligtvis på det sättet att bindningar bildas mellan karboxylgrupperna. Salter som tvårbindare ger lättspunna fibrer. Den flervärda metalljonen eller polyelektrolyten föreligger i ett salt vilket skall vara vattenlösligt. Motjonen, det vill säga anjonen, till metalljonen eller polyelektrolyten väljs därefter. En lämplig anjon är klorid.

30 Den tvårbundna superabsorbenten skall sedan fördelas i en absorptionskropp, vilken vanligtvis består av cellulosamassa. Den kan föreligga i rullar, balar eller ark som torrdefibreras och överförs i fluffad form till en massamatta. Materialet i absorptionskroppen kan, som nämnts, vara cellulosa-fibrer. Exempel på andra möjliga fibrer är

bomullsfibrer och syntetfibrer. Det är även känt att i absorptionskroppen använda ett skummat material.

- 5 Problemen med att jämnt administrera superabsorbent i form av korn, flingor eller granuler löses genom enligt uppfinningen genom att välja en annan administreringsform, nämligen fibrer.

- 10 Dessa fibrer åstadkommes enligt uppfinningen genom lösningsmedelsspinning. Denna tillgär så att en lösning av polymer pumpas till en spinndysa, extruderas genom ett dysan ut i ett bad innehållande ett med vatten blandbart, organiskt lösningsmedel såsom en alkohol. Detta lösningsmedel får polymeren att falla ut och bilda fibrer.

- 15 Extruderingsbadet kan även innehålla vatten. Andelen vatten i extruderingsbadet bestäms av att en viss lägsta halt av det organiska lösningsmedlet behövs för att få fibrer av bra kvalitet. Denna lägsta halt är ca. 70 vol%. Andelen vatten i extruderingsbadet kan följaktligen vara ca. 0-30 vol%.

- 20 När polysackariden som tidigare varit löst i vatten faller ut i extruderingsbadet, kommer detta att berikas med vatten. Av ovan nämnda skäl, måste detta avlägsnas kontinuerligt så att halten organiskt lösningsmedel inte understiger ca. 70 vol%.

- 25 Extruderingsbadet innehåller, förutom det organiska lösningsmedlet, tvärbindare. Detta förfarande resulterar i en samtidig fiberbildning och tvärbindning av polymeren.

- 30 Fibrerna rullas upp ur extruderingsbadet, torkas och klipps i lämpliga längder. En lämplig fiberlängd är 2-20 mm, företrädesvis 4-8 mm. Efter detta kan de blandas in i absorptionskroppar avsedda för användning i absorberande alster såsom blöjor, inkontinensskydd och dambindor.

- 35 Enligt ett alternativt utförande av uppfinningen kan fibrerna även efterbehandlas. Efterbehandlingen består i att fibrerna tvärbinds kovalent. Det har överraskande visat sig att den kovalenta tvärbindningen avsevärt ökar den kapillära vätskehållande förmågan hos fibrerna.

5 Följande förklaring till varför den kovalenta tvärbindningen ökar den vätskehållande förmågan skall endast ses som en teori till hur uppfinningen kan antas fungera. Den beskrivna teorin skall inte anses begränsa uppfinningen utan är endast avsedd som en tänkbar modell för uppfinningens funktionssätt, avsedd att underlätta förståelsen av uppfinningen.

1 0 Förklaringen till den överraskande goda hållandeförmågan hos de kovalent bundna fibrerna kan vara att de kovalent tvärbundna fibrerna sväller snabbt och mycket. Risken för gelblockering minskar, ett fibernätverk innehållande de kovalent tvärbundna fibrerna har mycket stora porer svällt tillstånd. Speciellt i längsled expanderar fibrerna snabbt och mycket vilket gynnar expansionen av de nätverk i vilket de 1 5 kovalent tvärbundna fibrerna är inblandade och därigenom ökar spridningen av vätska i nätverket.

2 0 Den kovalenta yttvärbindningen kan göras med olika konventionella tvärbindare, till exempel: 2,4,6-triklor-1,3,5-triazin, epiklorhydrin, bis(epoxypropyl)eter, dikloretan, divinylsulfon, etenglykol-bis(epoxypropyl)eter, formaldehyd, vinylcyklohexan dioxid, 1,3-dikloro-2-propanol, 1,3-bis(β-hydroxi-T-kloropropoxy)-2-propanol, 1,3-bis(β-hydroxi-T-kloropropoxy)etan, 1,2:3,4-diepoxybutan, 1,1:5,6-diepoxyhexan, 2,3-dibromo-1-propanol, 2,3-dikloro-1-propanol, 2,2-dikoroetyleter, metylbis(akrylamid), 2 5 N,N'-dimetylol(metylbis(akrylamid)), trisakrylolhexahydrotriazin, akrylamidometyl kloroacetamid, 2,4,6-triklorpyrimidin, 2,4,5,6-tetraklorpyrimidin, cyanuric klorid, triallyl cyanarat, diklorattikssyra, fosfor oxyklorid, bis(akrylamido)attikssyra.

3 0 Dessa tvärbindare och förfarande för tvärbindning med dessa finns beskrivet av Dean, Ferguson och Holst i boken "Absorbency", redigerad av P. K. Chatterjee, Elsevier Science Publishing Company, 1985.

3 5 Ett till extrudering alternativt förfarande för tillverkning av polysackaridfibrer enligt uppfinningen är gjutning. Vid såväl extrudering som gjutning sprutas polysackaridfibrerna ut i ett bad innehållande lösningsmedel och tvärbindare såsom beskrivits ovan. Vid gjutning

sprutas emellertid inte lösningen ut genom en dysa såsom vid extrudering, fibrer erhålls istället genom att lösningen sprutas mot en i badet roterande platta.

- 5 Polysackaridfibrerna enligt uppfinningen kan användas som konventionella superabsorbenter, det vill säga blandade med fluffmassa eller applicerade i lager mellan fluffmassa eller mellan tissueskikt. De kan också kombineras med andra superabsorbenter.
- 10 Uppfinningen är ej begränsad till de kombinationer som här beskrivits, utan omfattar alla kombinationer av lösningsmedel, tvärbindare och polysackarider.

95-01-10

Utföringsexempel

5 Exempel 1- Spinning av CMC-fibrer med olika aluminiumhalt.

Utrustning

En laboratorieutrustning för rayonspinning användes. Denna visas i figur 1.

10

Utrustningen bestod av:

En tryckkammare, i detalj visad i figur 2.

En kugghjulspump

En spinndysa

15 En rektangulär (890x195x190 mm) tank i plexiglas för extruderingsbadet.

20 En avluftad karboximetylcellulosa(CMC)lösning 1 placerades i en tryckkammare 2 i en bågare 10. En blyvikt 11 lades på. Kammaren 2 förseglades och luft med 7.5 bars tryck pressade CMC-lösningen genom ett stålrör 12 via en kugghjulspump 4 till spinndysan 3. Blyvikten 11 förhindrade att luft kom in mellan CMC-lösningen 1 och stålröret 12. Spinndysan 3 innehöll 20 stycken hål 5, vardera med en diameter på

25 200 µm.

Genom spinndysan 3 extruderades CMC-lösningen 1 ut i extruderingsbadet 7. Extruderingsbadet 7 innefattade etanol och aluminiumklorid.

30

CMC-fibrer 8 drogs igenom extruderingsbadet med hjälp av vals 9 driven av en elektrisk motor med varierbar hastighet. En glasstav användes för att hålla CMC-fibrerna under ytan på extruderingsbadet.

35

Efter detta tvättades fibrerna i etanol (95%). Fibrerna fick ligga två minuter i alkoholen. Detta förfarande upprepades två gånger. De tvättade fibrerna torkades i rumstemperatur. Fibrerna klipptes i längder om 6 mm.

Förfarande för beredning av karboximetylcellulosalösningen.

- 5 Olika koncentrationer av CMC testades: 8% Cekol 10000 och 7% Cekol 50000 från Metsä-Särila Oy. Cekol 10000 och Cekol 50000 har samma DS (0.6-0.9) men Cekol 50000 har större DP än Cekol 10000.

- 10 CMC i granulär eller pulverform blandades med vatten. Omrörning skedde manuellt. Blandning fick stå i en sluten behållare under minst två dagar.

- Blandningen centrifugerades och evakuerades omväxlande tills luftbubblorna i blandningen försvunnit.
1 5 600g av CMC-lösningen placerades i en plastbägare (800ml), vilken utsattes för vacuum under en tidsperiod på 30 minuter för att avlägsna luftbubblor ur lösningen.

Extruderingsbadet.

- 2 0 Extruderingsbadet hade en volym på 8 l. Det bestod ursprungligen av 95 vol% etanol och 5 vol% vatten. Till badet tillsattes sedan aluminiumklorid. Mängden aluminiumklorid i badet varierades som visas i figur 3 och 4. Koncentrationen av aluminiumklorid sjunker under processen, allteftersom fibrerna absorberar saltet. Det är därför
2 5 nödvändigt att tillsätta aluminiumklorid under spinningsprocessen. Koncentrationen av aluminiumklorid lats aldrig sjunka mer än 10% under förfarandet.

Aluminiumhalt i fibrerna

- 3 0 CMC-fibrer med olika aluminiumhalt framställdes genom att halten aluminium i extruderingsbadet varierades. Resultatet med Cekol 10000 som utgångsmaterial visas i figur 3 och resultatet med Cekol 50000 som utgångsmaterial visas i figur 4.

Exempel 2 - Tillverkning av CMC-fibrer med olika bad.

5 För att undersöka om fibrer kunde bildas i extruderingsbad med olika sammansättning utfördes tester med aluminium-, järn, zirkonium- samt magnesiumsalter i bad med olika lösningsmedel. Den CMC som användes var Cekol 50000. De lösningsmedel som testades var etanol, metanol, isopropanol samt aceton. Följande sammansättningar testades:

10	<u>Metallsalt</u>	<u>Vätska</u>
1.	4.4 g $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ /liter lösning vatten	95 vol-% etanol + 5 vol-%
15 2.	4.4 g $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ /liter lösning vatten	95-vol% metanol + 5 vol-%
3.	4.4 g $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ /liter lösning vatten	85 vol-% aceton + 15 vol-%
4.	4.4 g $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ /liter lösning vatten	95 vol-% isopropanol + 5 vol-%
20		
5.	5.3 g $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ /liter lösning vatten	95 vol-% etanol + 5 vol-%
6.	5.3 g $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ /liter lösning vatten	95 vol-% metanol + 5 vol-%
25 7.	5.3 g $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ /liter lösning vatten	95 vol-% aceton + 5 vol-%
8.	5.3 g $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ /liter lösning vatten	95 vol-% isopropanol + 5 vol-%
30		
9.	6.0 g ZrCl_4 /liter lösning vatten	95 vol-% etanol + 5 vol-%
10.	6.0 g ZrCl_4 /liter lösning vatten	95 vol-% metanol + 5 vol-%
35 11.	6.0 g ZrCl_4 /liter lösning vatten	95 vol-% isopropanol + 5 vol-%
12.	15.5 g $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ /liter lösning vatten	95 vol-% etanol + 5 vol-%
40 13.	15.5 g $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ /liter lösning vatten	95 vol-% metanol + 5 vol-%
14.	15.5 g $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ /liter lösning vatten	78 vol-% aceton + 22 vol-%
45 15.	15.5 g $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ /liter lösning vatten	90 vol-% isopropanol + 10 vol-%

Resultat

Med samtliga sammansättningar på extruderingsbadet erhöles fibrer.

5 Exempel 3 - polyelektrolyter som tvärbindare.

CMC-fibrer tillverkades från Cekol 50000 enligt uppfinningen varvid spinnbad innehållande polyelektrolyter upplösta i 80 vol% etanol och 20 vol% vatten användes. Sammansättningen hos de olika spinnbaden beskrivs nedan.

10

<u>Polyelektrolyt</u>	<u>Handelsnamn</u>	<u>Halt(vikts%)</u>
Polyvinylamin	Basocoll(BASF)	0.05
Polybrene (kvartär polyamin)	Polybrene(Aldrich)	0.1

15

Resultat

20 Fibrer kunde framställas i båda baden.

980908

Exempel 4 - Tillverkning av fibrer från olika typer av polysackarider.

Koncentrerade vattenlösningar tillverkades av nedanstående polysackarider.

5

	<u>Polysackarid</u>	<u>Handelsnamn(Tillverkare)</u>	<u>Koncentration</u> <u>(vikts%)</u>
10	CMC	Cekol 2000(Metsä-Serla OY)	12
	CMC	Cekol 4000(Metsä-Serla OY)	10
	CMC	Cekol 10000(Metsä-Serla OY)	8
15	CMC	Cekol 30000(Metsä-Serla OY)	7.5
	CMC	Cekol 50000(Metsä-Serla OY)	7
20	Guargummi	Meypro Guar(Meyhall)	10
	Bean gum	Meypro LBG(Meyhall)	10
	Pektin	Genu pectin type X-0905 (Copenhagen Pectin)	5
25			

Dessa lösningar användes sedan för tillverkning av fibrer enligt uppfinningen i ett spinnbad bestående av 8 g $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ / l i 95vol% etanol och 5 vol% vatten.

30

Resultat

Av alla dessa polysackarider kunde fibrer framställas.

Exempel 5 - Kovalent tvärbinding av spunna CMC-fibrer.

35

CMC-fibrer framställda från Cekol 50000 enligt exempel 1, spunna i ett bad innehållande 3 g $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ / l i 95 vol% etanol och 5 vol% vatten användes för detta försök. 5 g fibrer klippta till en längd av 6 mm

tillsattes till en glasbägare innehållande 250 ml destillerat vatten och fick svälla i ca. 1 minut. Därefter tillsattes 250 ml av en 2 vikts% lösning av 2,4,6-triklor-1,3,5-triazin i aceton.

- 5 Efter lugn omrörning i 5 minuter började en 2.5 M NaOH-lösning tillsättas dropptvis under fortsatt omrörning. Totalt tillsattes 30 ml NaOH-lösning under en period av 15 minuter. Efter ytterligare 30 minuters lugn omrörning avskildes vätskan och fibrerna tvättades upprepat med 95 vol% etanol. Efter detta torkades fibrerna i rumstemperatur.

Exempel 6 - Karakterisering av absorptionsegenskaper med hjälp av vätskeporosimetri.

15 Vätskeporosimetri

- Fibernätverk tillverkade av fibrer framställda enligt uppfinningen karakteriserades med hjälp av en PVD (Pore Volume Distribution)-apparat tillverkad av Textile Research Institute, Princeton, USA. PVD-apparatens funktion beskrivs noggrant i Miller, B. och Tyomkin, L. Text. Res. J. 56 (1986)35 och kortfattat nedan.

- 25 Provet tillförs vätska (i detta fall 0.9% NaCl-lösning resp. sk syntetiskt urin) i överskott och får absorbera vätskan under en viss tid (i detta fall 5 h). Sedan placeras provet 13 i en kammare 14 på ett membran 15 och en porös platta 16, en mekanisk belastning (i detta fall 2.5 kPa) läggs på i form av en blyvikt. Därefter försluts kammaren och lufttrycket i kammaren ökas successivt i steg med hjälp av ett datorstyrt tryckhållningssystem varvid vätskan lämnar provet genom ett membran med små porer (i detta fall 0.22 µm). Vikten av den utpressade vätskan registreras av en balansvåg 17.

Enligt Laplace-ekvation [1] motsvarar ett visst tryck en viss porradie.

35

$$\Delta P = \frac{2\gamma \cos\theta}{r}$$

[1]

dar

- 5
- | | | |
|------------|---|--|
| ΔP | = | Tryck för att hydragiskt pressa ut vätska |
| γ | = | Vätskans ytspänning |
| θ | = | Kontaktvinkel mellan vätska och undersökt material |
| r | = | Porradi |

10 Vid konstant ytspänning och kontaktvinkel är således tryckökningen omvänt proportionellt mot porradien.

Detta ger ett samband mellan tryckskillnaden och vätskevolym som schematiskt kan beskrivas enligt figuren i figur 7.

15 Om detta kumulativa samband deriveras erhålls en porvolymdistribution, schematisk beskriven av figuren i figur 8. Distributionsfunktionen talar om hur mycket av vätskan som hålls av porer med en viss storlek.

20 I detta arbete har vätska i porer större än 3 μm definierats som kapillärvätska och vätska i porer mindre än 3 μm som gelvätska. Kapillärvätskan finns i porer mellan fibrerna medan gelvätskan återfinns i fibrernas inre och i porer på fiberytan.

25 Enligt Laplace-ekvation [1] krävs ett högre tryck för att avlägsna gelvätskan än den kapillart bundna vätskan. Man kan därför säga att gelvätskan är "hårt" bunden till materialet medan den kapillara vätskan är lösare bunden.

30 Vid jämförelse mellan så kallade superabsorbenter och massafibrer är skillnaden i gel- vätskeinhåll mycket stor om vätskan är vatten, 0.9% NaCl-lösning, så kallat syntetiskt urin eller annat som svaller superabsorbenter.

35 Denna vätskeporosimetri-metod ger således goda möjligheter att undersöka materialets förmåga att hålla hårt bunden vätska samt en distributionsfunktion som beskriver hur den kapillara, lösare bundna, vätskan hålls i materialet.

I figur 9 visas schematiskt PVD-apparatens uppbyggnad.

5 Fibrer från exempel 1, spunna i ett bad innehållande 3 g $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ / l i 95vol% etanol och 5 vol% vatten, samt fibrer från exempel 5 karakteriserades med PVD-apparat vilken beskrivits ovan.

Provkroppar av ovan angivna fibrer formades. Sk. syntetiskt urin användes som testvätska och materialen belastades med 2.5 kPa under mätningen.

10

För jämförelse testades även följande material:

1. CTMP (Mölnlycke)

2. Sulfatmassa (Korsnäs)

15

3. Superabsorbentpulver, Sanwet IM 2200D (Hoechst)

Resultat

20

I tabell 1 visas de erhållna värdena gällande gelvätska, kapillärt bunden vätska samt den totalt absorberade vätskemängden.

96.01.10

Tabell 1

	Prov	Gelvätska(g/g)	Kapillär vätska(g/g)	Total vätska(g/g)
5	CTMP	1.37	8.78	10.75
	Sulfatmassa	0.86	6.24	7.10
10	Sanwet IM 2200 D	16.85	16.12	32.97
	CMC-fibrer exempel 1	19.90	10.00	29.90
15	CMC-fibrer exempel 5	14.40	16.85	31.25

20 Sanwet IM 2200D och CMC-fibrerna uppvisar flera gånger så hög gelvätskeupptagningsförmåga som massafibrerna. Om CMC-fibrerna från exempel 1 och 5 jämförs, ses att de kovalent tvärbundna fibrerna från exempel 5 har högre upptagning av kapillärt bunden vätska.

25 I figur 10 och 11 visas porvolymfördelningen för de testade materialen. I figur 11 ses att fibernätverken gjorda av kovalent tvärbundna CMC-fibrer uppvisar större porer än de ej kovalent tvärbundna fibrerna. Detta bör vara en fördel ur flödesmotståndssynpunkt, när vätskan skall transporteras mellan fibrerna i ett absorberande alster.

30 Porstrukturen hos den kommersiella polyakrylatsuperabsorbenten Sanwet IM 2200 D är liknande den hos den kovalent tvärbundna CMC-fibern från exempel 5.

Exempel 7 - Svällningskapacitet hos fibrerna

5 Fri svällningskapacitet är definierat som den svällningskapacitet ett material har vilket inte utsätts för något tryck.

10 I figur 5 visas fri svällningskapacitet för CMC-fibrer framställda enligt exempel 1 från Cekol 50000 och med en aluminiumhalt på 7.7g/kg. De vätskor som testades var 0.9% NaCl, syntetisk urin och syntetisk mensvätska. Med syntetiskt urin och syntetisk mensvätska avses syntetiskt framställda vätskor som försökts efterlikna de naturliga motsvarigheterna vad beträffar fysikaliska egenskaper och kemisk sammansättning.

15 I figur 6 visas en jämförelse beträffande fri svällning mellan CMC-fibrer framställda enligt exempel 1 från Cekol 50000, aluminiumhalt 7.7 g/kg och två kommersiellt tillgängliga CMC-material, Aqualon ACU D-3273 (Hercules) och E228-95 (Hoechst). I figuren kan ses att CMC-fibrer tillverkade enligt exempel 1 har högre fri svällningskapacitet än de kommersiellt tillgängliga CMC-materialen.

20

Patentkrav

1. Förfarande för framställning av polysackaridfiber, kännetecknat av att polysackariden löses upp i ett lösningsmedel och att lösningen sprutas ut i ett bad innefattande ett med vatten blandbart organiskt lösningsmedel samt en tvärbindare.
2. Förfarande för framställning av polysackaridfiber enligt krav 1, kännetecknat av att polysackaridfibrerna efter badet sträcks, rullas upp, torkas och klipps.
3. Förfarande för framställning av polysackaridfiber enligt krav 1 eller 2, kännetecknat av att det organiska lösningsmedlet är en alkohol eller en keton.
4. Förfarande för framställning av polysackaridfiber enligt krav 3, kännetecknat av att det organiska lösningsmedlet är metanol, etanol, isopropanol eller aceton.
5. Förfarande för framställning av polysackaridfiber enligt något av ovanstående krav, kännetecknat av att tvärbindaren består av av en polyelektrolyt.
6. Förfarande för framställning av polysackaridfiber enligt krav 5, kännetecknat av att tvärbindaren är polyvinylamin eller Polybrene[®] (hexadimetribromid).
7. Förfarande för framställning av polysackaridfiber enligt något av kraven 1-4, kännetecknat av att tvärbindaren består av ett salt där katjonen i saltet är en metalljon.
8. Förfarande för framställning av polysackaridfiber enligt krav 7, kännetecknat av att katjonen i saltet är två- eller tre- eller fyrvärd.

9. Förfarande för framställning av polysackaridfiber enligt krav 8, kännetecknat av att katjonen i saltet är kalcium, magnesium, järn, aluminium eller zirkonium.

10. 8. Förfarande för framställning av polysackaridfiber enligt något av kraven 7-9, kännetecknat av att anjonen i metallsaltet är klorid.

11. 10. Förfarande för framställning av polysackaridfiber enligt något av ovanstående krav, kännetecknat av att polysackariden utgörs av karboximetylcellulosa, stärkelse, cellulosaxanthan, gelan, chitin, chitosan, guar gummi eller alginat.

12. 11. Förfarande för tillverkning av polysackaridfiber enligt någon av föregående krav, kännetecknat av att fibern tvärbinds kovalent i ett följande steg.

13. 12. Polysackaridfiber, kännetecknad av att den är framställd enligt något av föregående krav.

14. 13. Polysackaridfiber, kännetecknad av att den är lösningsmedelsspunnen, uppvisar en substitutionsgrad som är större än 0.35, är tvärbunden samt att den är olöslig men svällbar i vatten.

15. 14. Absorberande struktur i absorberande alster, såsom en blöja, ett inkontinensskydd eller en dambinda kännetecknad av att i den absorberande strukturen ingår polysackaridfibrer framställda enligt något av kraven 1-11.

Sammanfattning

Uppfinningen avser ett förfarande för framställning av polysackaridfiber (8) enligt vilket polysackariden löses upp och sprutas ut i ett bad (7) innefattande ett med vatten blandbart organiskt lösningsmedel samt en tvärbindare. Uppfinningen avser även en polysackaridfiber (8) framställd genom förfarandet samt ett absorberande alster innefattande polysackaridfibern (8).

96-01-10

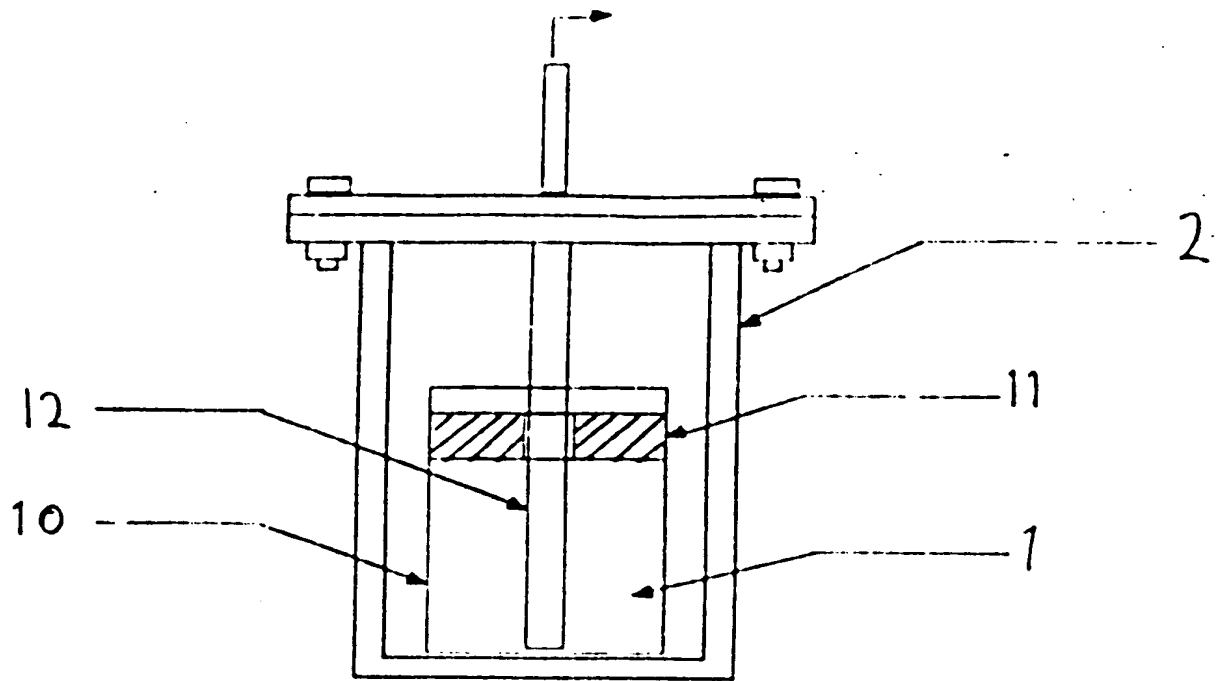
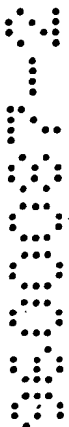


Fig. 2



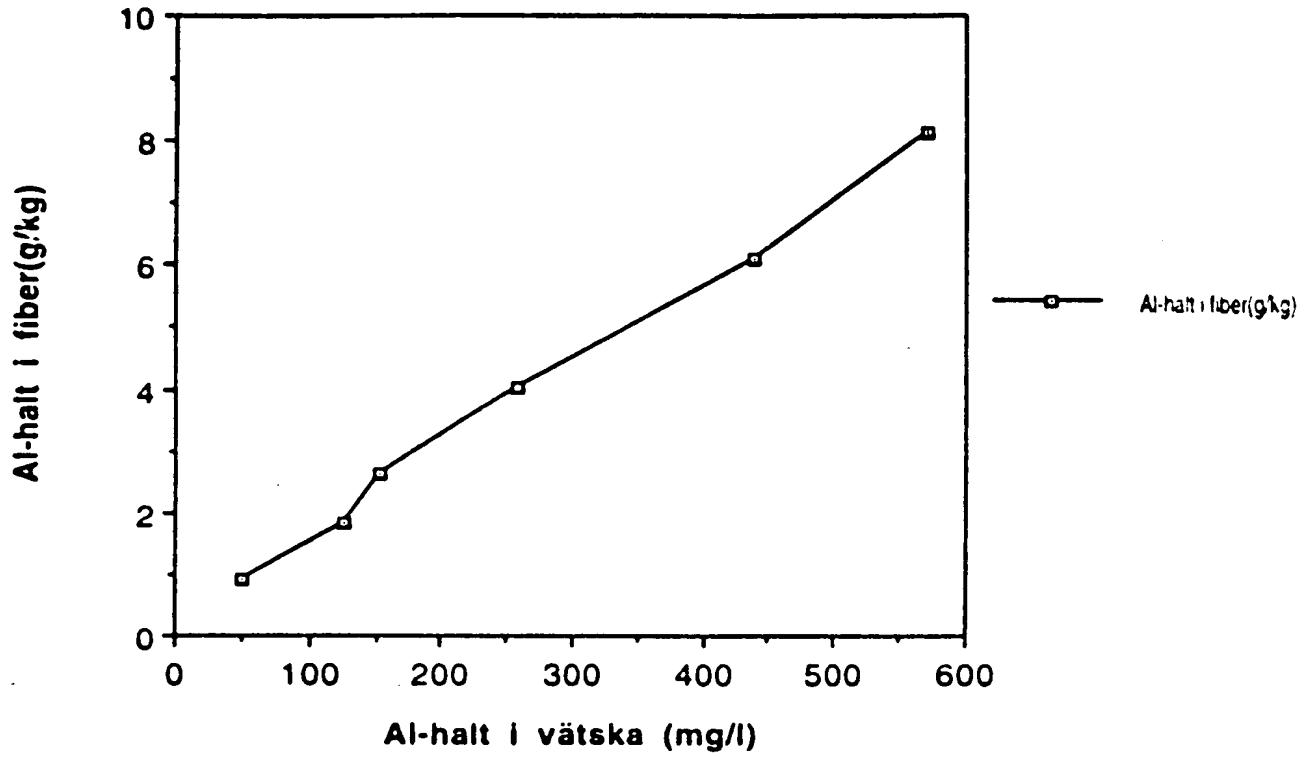


Fig. 3

98000373

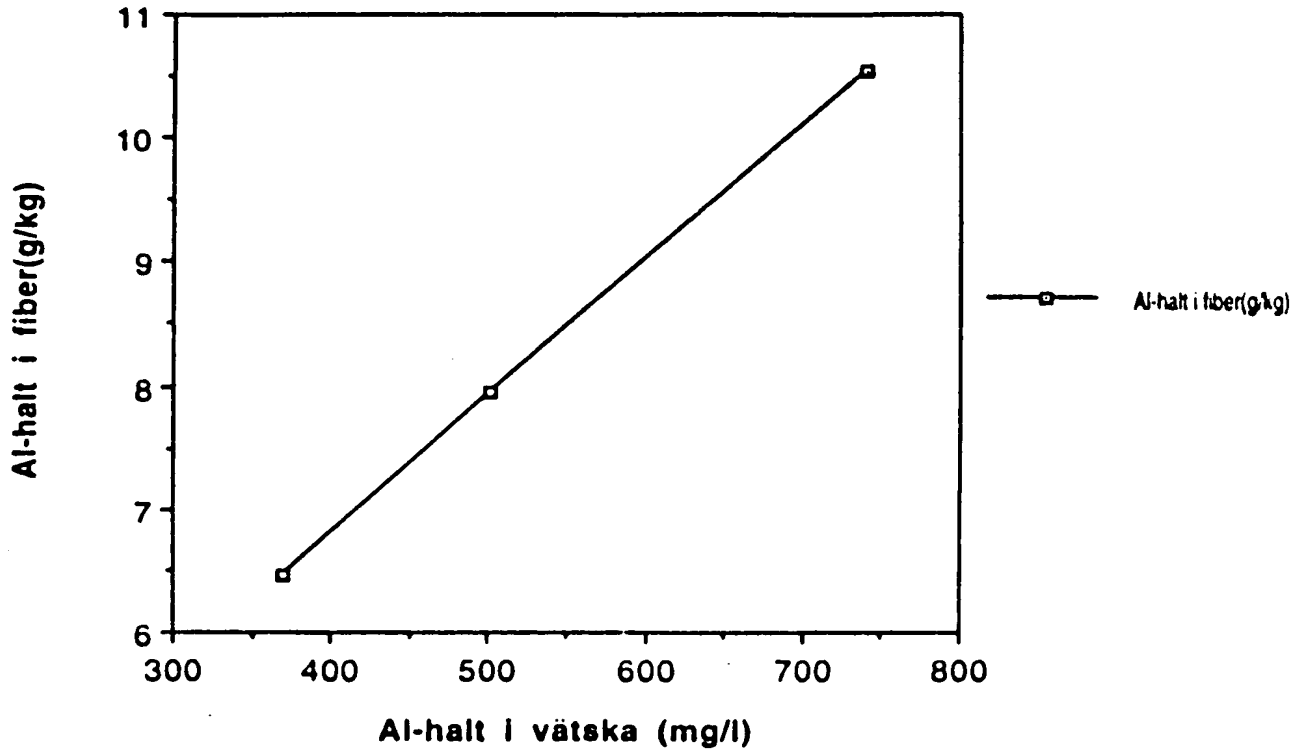


Fig. 4

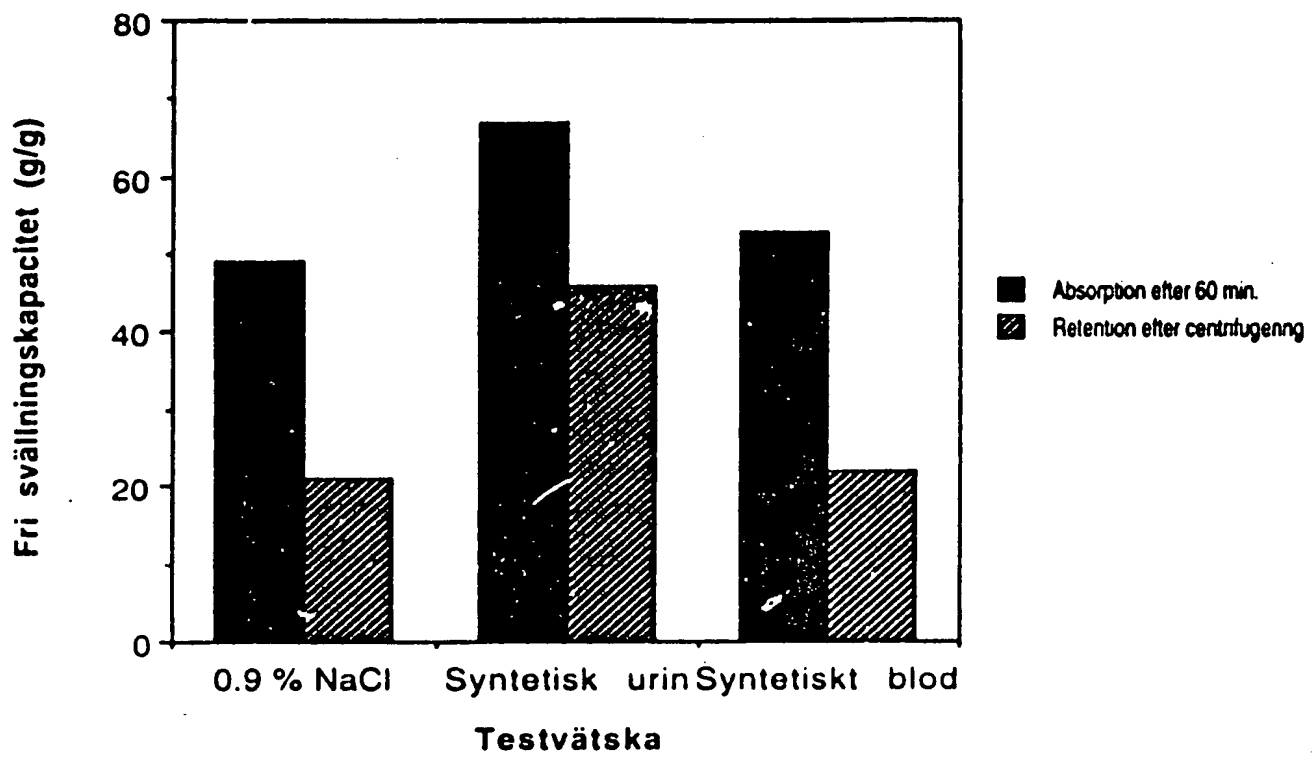


Fig. 5

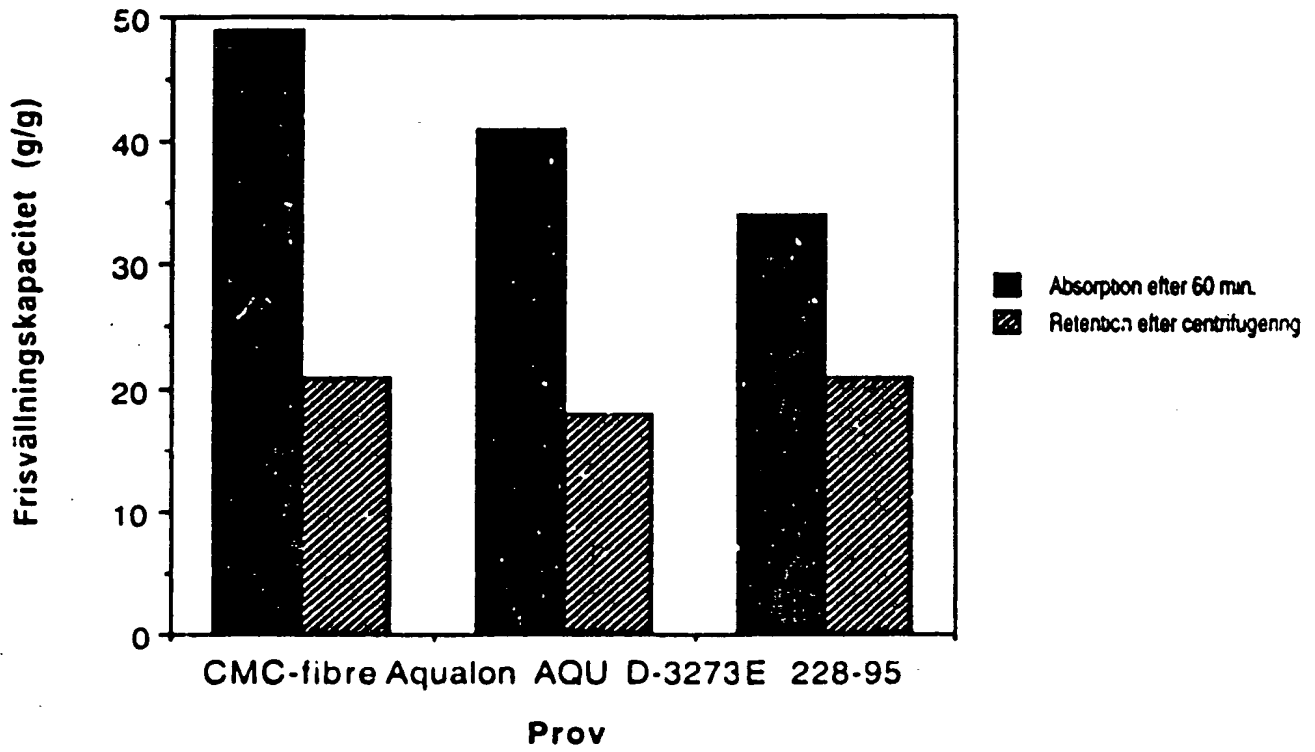


Fig. 6

960007-2

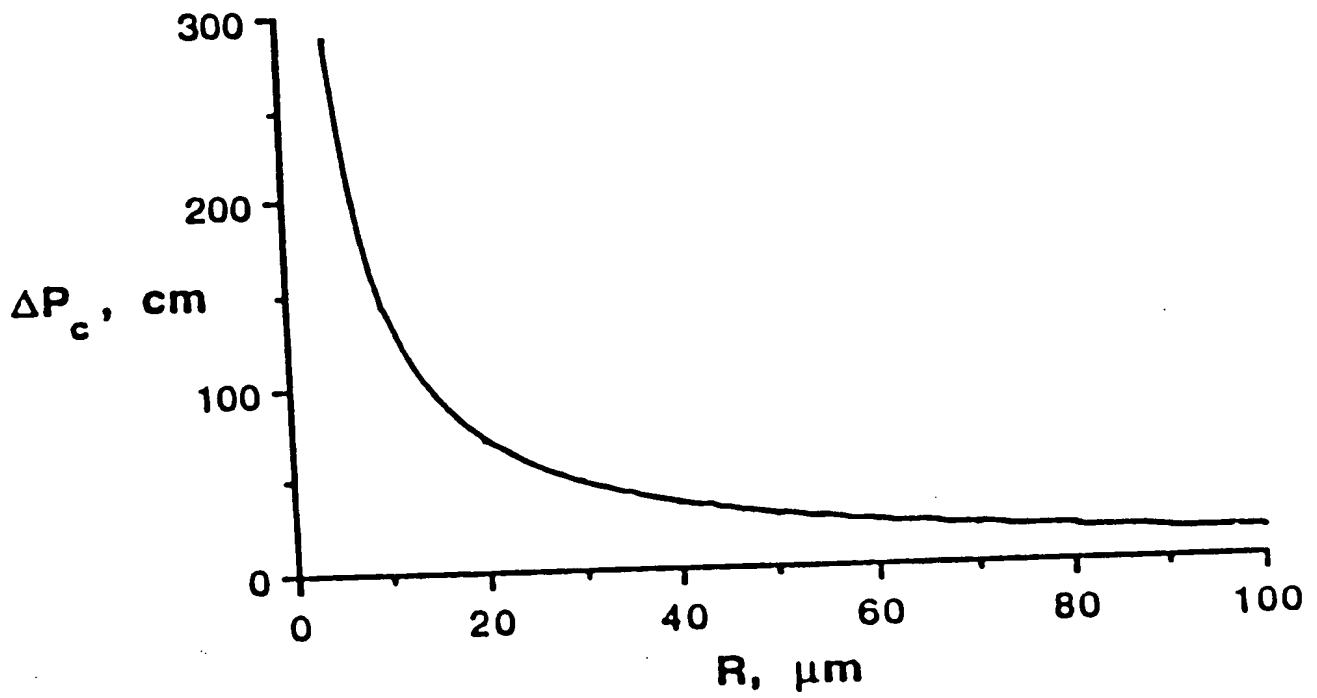


Fig. 7

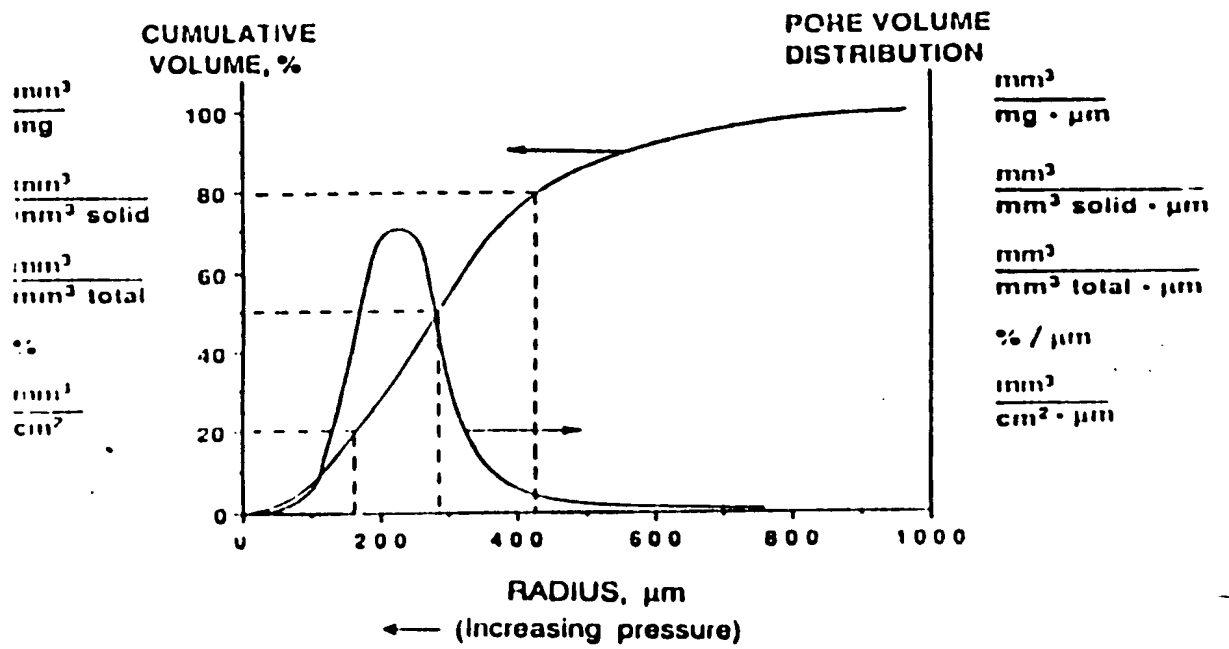
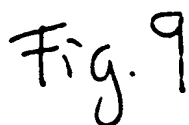


Fig. 8



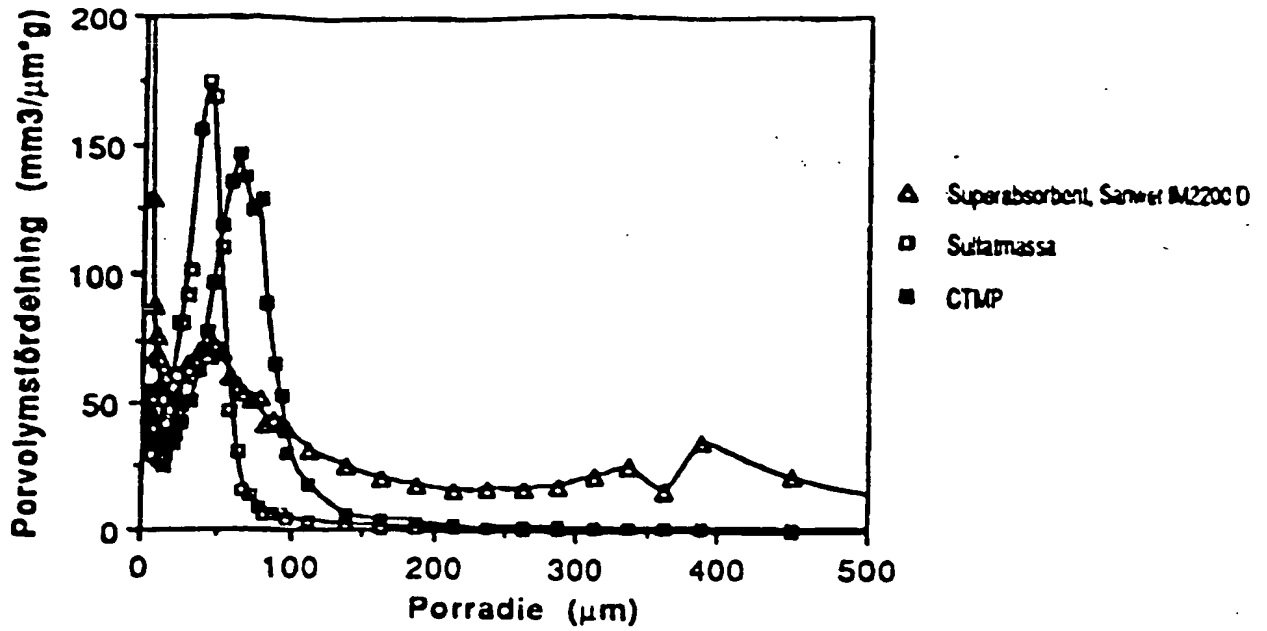


Fig. 10

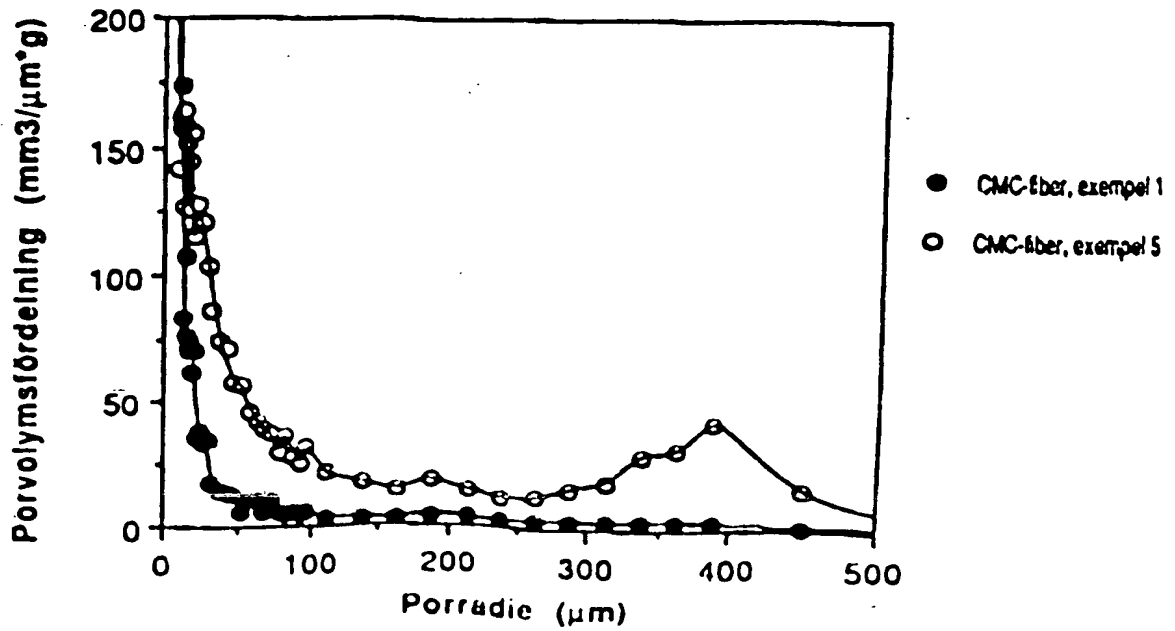


Fig. 11

THIS PAGE BLANK (USPTO)